

Udara ambien – Bagian 4: Cara uji kadar timbal (Pb) dengan metoda dekstruksi basah menggunakan spektrofotometer serapan atom



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	1
3.1 Prinsip.....	1
3.2 Bahan	2
3.3 Peralatan	2
3.4 Persiapan pengujian	2
3.5 Pengujian contoh uji	3
3.6 Pembuatan <i>spike matriks</i>	3
3.7 Perhitungan	3
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	4
4.1 Jaminan mutu	4
4.2 Pengendalian mutu.....	4
Lampiran A Pelaporan	5
Bibliografi	6

Prakata

SNI Udara ambien – Bagian 4: Cara uji kadar timbal (Pb) dengan metoda destruksi basah menggunakan spektrofotometer serapan atom ini secara teknis disiapkan dan diuji coba di Laboratorium Sarana Pengendalian Dampak Lingkungan (SARPEDAL) – Serpong. Selanjutnya metode ini dikaji bersama dengan para *stakeholders* yang berperan sebagai Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.



Udara ambien – Bagian 4: Cara uji kadar timbal (Pb) dengan metoda destruksi basah menggunakan spektrofotometer serapan atom

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan timbal di udara ambien dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Lingkup pengujian ini meliputi:

- a) persiapan contoh uji untuk analisa Pb dengan cara destruksi basah dari partikel tersuspensi total (TSP) yang diukur dengan alat *High Volume Air Sampler* (HVAS);
- b) pemeriksaan contoh uji Pb dari TSP dengan metoda spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm;
- c) cara perhitungan konsentrasi Pb di udara ambien.

2 Istilah dan definisi

2.1

udara ambien

udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

2.2

larutan induk

larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

2.3

larutan standar

larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

2.4

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

2.5

spike matriks

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Partikel di udara ditangkap dengan menggunakan alat HVAS dan media penyaring atau filter. Timbal yang terkandung di dalam partikel tersuspensi tersebut didestruksi dengan menggunakan pelarut asam, kemudian diukur dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

3.2 Bahan

- a) larutan asam nitrat (HNO_3) (2+98)

Masukkan kurang lebih 200 mL air suling ke dalam gelas piala 1.000 mL. Tambahkan ke dalamnya 20 mL HNO_3 pekat dan kemudian tepatkan dengan air suling sampai tanda tera 1.000 mL, larutan dihomogenkan.

- b) larutan asam klorida (HCl) (1+2)

Masukkan kurang lebih 300 mL air suling ke dalam gelas piala 1000 mL. Tambahkan ke dalamnya 300 mL HCl pekat dan kemudian tepatkan dengan air suling sampai tanda tera 900 mL, larutan dihomogenkan.

- c) gas asetilen;
d) air demineralisasi yang bebas logam;
e) hidrogen peroksida (H_2O_2) 30%;
f) larutan induk timbal (Pb) 1000 mg/L.

3.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
b) pemanas listrik yang dilengkapi dengan pengatur suhu;
c) labu ukur 50 mL; 100 mL dan 1000 mL;
d) gelas piala 200 mL atau 250 mL tipe tinggi;
e) gelas ukur 100 mL dan 1000 mL;
f) pipet volumetrik 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 6 mL dan 10 mL;
g) kaca arloji;
h) filter berpori 80 μm diameter 125 mm atau 110 mm;
i) gunting yang terbuat dari keramik atau plastik; dan
j) corong gelas.

CATATAN Semua peralatan gelas yang digunakan, harus bebas logam berat dengan cara dicuci dengan asam nitrat 5%.

3.4 Persiapan pengujian

3.4.1 Pembuatan larutan standar timbal (Pb) 100 mg/L

- a) pipet 10 mL larutan induk timbal 1.000 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera, lalu homogenkan.

3.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) pipet berturut-turut ke dalam labu ukur 50 mL masing-masing 0,0 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL dan 6,0 mL larutan standar Pb 100 $\mu\text{g/mL}$;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar Pb 0,0 $\mu\text{g/mL}$; 1,0 $\mu\text{g/mL}$; 2,0 $\mu\text{g/mL}$; 4,0 $\mu\text{g/mL}$; 8,0 $\mu\text{g/mL}$ dan 12,0 $\mu\text{g/mL}$;
c) atur alat SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar Pb ;
d) aspirasikan larutan deret standar satu persatu ke dalam alat SSA melalui pipa kapiler, kemudian baca dan catat masing-masing serapannya;
e) buat kurva kalibrasi dari data di atas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

3.5 Pengujian contoh uji

- siapkan kertas filter terpapar debu yang berasal dari pengujian total partikulat tersuspensi (TSP);
- ukur dan catat panjang dan lebar filter yang terpapar debu (mm) hitung luasnya (mm²).
- Potong kertas filter menjadi 4 bagian yang sama kemudian hitung dan catat luasnya (mm²);
- ambil satu bagian kertas filter tersebut sebagai contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 200 mL;
- tambahkan 60 mL larutan HCl (1+2);
- tambahkan 5 mL H₂O₂ pekat dan tutup mulut gelas piala dengan kaca arloji;
- letakkan gelas piala di atas pemanas listrik, panaskan contoh uji selama kurang lebih satu jam pada temperatur 105°C;
- turunkan contoh uji dari pemanas;
- tambahkan kembali 5 mL H₂O₂ pekat dan lanjutkan pemanasan di atas pemanas listrik selama 30 menit;
- dinginkan contoh uji dan kemudian lakukan penyaringan;
- bilas kaca arloji dengan sejumlah air bersamaan dengan penyaringan contoh;
- saring contoh uji dengan kertas saring dan tampung filtrat pada gelas piala 200 mL;
- tambahkan kembali 50 mL larutan HCl (1+2) pada gelas piala pada langkah 3.5 butir a);
- lanjutkan pemanasan selama 30 menit untuk residu terdahulu;
- dinginkan contoh uji dan kemudian lakukan penyaringan kembali;
- satukan filtrat dalam gelas piala 200 mL;
- panaskan filtrat sampai mendekati kering (sisa cairan tinggal sedikit) atau terbentuk kristal atau garam;
- tambahkan 10 mL HNO₃ (2+98) ke dalam gelas piala lanjutkan pemanasan selama beberapa menit (sampai seluruh residu terlarut);
- dinginkan dan saring contoh uji, tampung filtrat dalam labu ukur 50 mL;
- bilas gelas piala dengan HNO₃ (2+98) kemudian tepatkan sampai tanda tera;
- contoh uji siap dianalisis dengan SSA;
- lakukan langkah 3.5 butir a) sampai u) untuk pengujian blanko.

CATATAN Lakukan langkah 3.5 butir e) sampai s) di dalam ruang asam.

3.6 Pembuatan *spike matriks*

- filter yang mengandung contoh uji pada langkah 3.5 butir c) yang telah dimasukkan ke dalam gelas piala ditambahkan 0,5 mL larutan standar 100 µg/mL (kadar standar yang diperoleh 1 µg/mL);
- lakukan langkah 3.5 butir e) sampai u).

3.7 Perhitungan

3.7.1 Kadar timbal di dalam udara ambien

Kadar timbal dalam contoh uji dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$C_{Pb} = \frac{(C_t - C_b) \times V_t \times \frac{S}{S_t}}{V}$$

dengan pengertian:

C_{Pb} adalah kadar timbal di udara (µg/m³);

C_t adalah kadar timbal dalam larutan contoh uji yang di *spike* (µg/mL);

- C_b adalah kadar timbal dalam larutan blanko ($\mu\text{g/mL}$);
 V_t adalah volum larutan contoh uji (mL);
 S adalah luas contoh uji yang terpapar debu pada permukaan filter (mm^2);
 S_t adalah luas contoh uji yang digunakan (mm^2);
 V adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C , 760 mmHg (m^3).

CATATAN Volum udara yang dihisap dihitung berdasarkan perhitungan pada saat sampling total partikulat tersuspensi di udara ambien.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa);
- gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi;
- gunakan alat ukur laju alir (flow meter), termometer, barometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi;
- hindari terjadinya penguapan yang berlebihan dari larutan penjerap dalam botol penjerap, maka gunakan alumunium foil atau box pendingin sebagai pelindung terhadap matahari;
- hindari pengambilan contoh uji pada saat hujan.

4.2 Pengendalian mutu

- Uji blanko
Menggunakan blanko filter yang dianalisa sebagaimana contoh uji sebagai koreksi terhadap contoh uji.
- Linearitas kurva kalibrasi
 - koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sesuai dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi;
 - analisis blanko dilakukan untuk kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo terhadap filter yang sama untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan hasil analisis duplo lebih kecil 10%.
- Persen temu balik (% *recovery*)

$$\%R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

dengan pengertian:

R adalah persen temu balik (%)

A adalah kadar timbal dalam larutan contoh uji yang di *spike* ($\mu\text{g/mL}$);

B adalah kadar timbal dalam larutan contoh uji yang tidak di *spike* ($\mu\text{g/mL}$);

C adalah kadar timbal standar teoritik (*target value*) ($\mu\text{g/mL}$).

dimana,

$$C = \frac{y \times z}{v}$$

dengan pengertian :

y adalah volume standar yang ditambahkan (mL);

z adalah kadar Pb yang ditambahkan ($\mu\text{g/mL}$);

v adalah volume akhir (mL).

CATATAN Jaminan dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama dan tanda tangan analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Batas deteksi.
- 6) Perhitungan.
- 7) Data pengambilan contoh uji.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.
- 10) Kadar Pb dalam contoh uji.
- 11) Hasil pengukuran *recovery*.



Bibliografi

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 41 tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara. BAPEDAL.

ERTC Textbook, *Method of air pollution sampling/gas and dust/particulate*, 1991, JICA 4.3 Analysis.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id